

SII. 2034 – 86

Cara Uji, Kadar Raksa dalam Gas Buang

1. Ruang Lingkup: Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji raksa dari gas buang pada cerobong.
2. Cara Pengambilan Contoh.
 - 2.1. Cara pengambilan contoh secara umum, lihat SII 1426–85, Cara Pengambilan Contoh Udara Untuk Analisa Dari Uap.
 - 2.2. Pemilihan lokasi pengambilan contoh sesuai SII 1429–85, Cara Uji Kadar Debu Pada Cerobong.
 - 2.3. Jumlah pengambilan contoh adalah 20 liter dengan kecepatan pengisapan 0,5–1,0 liter/menit.
 - 2.4. Untuk mencegah kondensasi didalam tabung pengambilan contoh, digunakan penyekat panas.
3. Cara Uji: Pada standar ini digunakan cara spektrofotometer serapan atom. Batas kadar yang dapat diukur dengan cara ini 0,0005–0,01 mg/liter.
 - 3.1. Prinsip
Raksa direduksi oleh larutan PbCl_2 , dilanjutkan dengan analisa serapan atom pada panjang gelombang 253,7 nm.
 - 3.2. Peralatan.
 - 3.2.1. Alat pengambilan contoh gas (gambar 1).
Tabung pengambilan contoh dan tabung pengalir dibuat dari gelas, kwarsa atau keramik.
 - 3.2.2. Botol penyerap dengan kapasitas 250 ml dicuci terlebih dahulu dengan HNO_3 (1+9) dan air.
 - 3.2.3. Botol penyerap dengan kapasitas 250 ml dicuci terlebih dahulu dengan HNO_3 (1 + 9) dan air.
 - 3.2.3. Labu gelas dengan kapasitas 500 ml.
 - 3.2.4. Refluk kondensor dengan panjang 30 cm.
 - 3.2.5. Pereduksi raksa terdiri dari :
Bentuk sirkulasi terbuka dan tertutup (lihat gambar 2 dan 3). Komponen peralatan terdiri dari :
 - 3.2.5.1. Botol pereduksi.
Botol gelas dengan kapasitas 300–350 ml.
 - 3.2.5.2. Sel penyerap.
Sel gelas kwarsa/sel gelas/sel plastik dengan panjang 100–300 mm, dilengkapi jenderal kwarsa.
 - 3.2.5.3. Pompa udara.
Pompa diaphragma dengan kapasitas pengaliran 0,5 – 3 liter/menit. Bagian dari pompa yang terkena uap raksa dibuat dari logam dan dilapisi collodion.
 - 3.2.5.4. Alat pengukur aliran.
Dapat mengukur aliran udara 0,5–5 liter/menit.
 - 3.2.5.5. Tabung pengering.
Tabung lurus atau tabung U yang diisi butiran magnesium perkhlorat.
 - 3.2.5.6. Tabung penghubung.
Tabung terbuat dari resin silikon lunak.
 - 3.2.6. Spektrofotometer serapan atom.
 - 3.3. Pereaksi.
 - 3.3.1. Larutan penyerap.
Dibuat dengan mencampur dan mengaduk asam sulfat (1 + 15) dan larutan kalium permanganat (0,3 %) dalam jumlah sama. Larutan disimpan dalam botol gelas berwarna (botol penyerap).
 - 3.3.2. H_2SO_4 (1 + 1).
Dibuat dari asam sulfat dengan kandungan Hg maksimum 0,001 mgHg/ltr.
 - 3.3.3. Larutan KMnO_4 (5 %).
Larutan 50 gr KMnO_4 dalam air, kemudian saring dengan penyaring gelas (G_4), dan encerkan sampai volume 1 liter. Larutan disimpan dalam botol gelas berwarna.
 - 3.3.4. Larutan hidroksil amonium klorida (20%).
Larutkan 20 gr hidroksil amonium klorida dalam 100 ml air. Lakukan pemurnian sbb: pindahkan larutan ke corong pemisah, tambahkan sedikit larutan ditizon karbon tetraklorida (0,05%), campur dan aduk, kemudian diamkan. Lapisan karbon tetraklorida dibuang.
Cara kerja ini harus diulang sampai tidak terjadi perubahan warna. Partikel-partikel kecil karbon tetraklorida dihilangkan dengan menyaring lapisan air dengan kertas saring kering.
 - 3.3.5. Larutan hidroksil amonium klorida (2%): tambahkan beberapa tetes H_2SO_4 (1 + 1) kedalam 10 ml larutan hidroksil amonium klorida (20%), dan tambahkan air sampai volume 100 ml.
 - 3.3.6. H_2SO_4 (1 + 35).
 - 3.3.7. Larutan PbCl_2 .
Tambahkan 10 gr PbCl_2 dihidrat pada 60 ml H_2SO_4 (1 + 20), kemudian larutkan dengan pemanasan sambil diaduk, dinginkan dan encerkan sampai volume 100 ml. Kadar raksa dalam larutan ini harus 0,001 mg/liter atau kurang. Lakukan proses pemurnian dengan mengalirkan nitrogen pada larutan. Larutan ini tahan 1 minggu.

3.3.8. Larutan sediaan raksa (0,5 mgHg/ml).

Larutkan 0,339 gr HgCl_2 dalam air, pindahkan pada labu ukur 500 ml dan tambahkan 5 ml HNO_3 (1 + 1), kemudian encerkan sampai tanda batas. Simpan larutan dalam botol gelas.

3.3.9. Larutan siapan raksa (0,01 mgHg/ml).

Pipet 10 ml larutan sediaan raksa (0,5 mgHg/ml) dalam labu ukur 500 ml, tambahkan 5 ml HNO_3 (1 + 1) dan encerkan sampai tanda batas. Simpan larutan dalam botol gelas. Larutan ini tahan 1 bulan.

3.3.10. Larutan siapan raksa (0,0001 mgHg/ml).

Pipet 10 ml larutan siapan raksa (0,01 mgHg/ml) dalam labu ukur 1000 ml, tambahkan 10 ml HNO_3 (1 + 1) dan encerkan sampai tanda batas. Siapkan larutan ketika akan digunakan.

3.4. Cara kerja.

3.4.1. Pembuatan kurva kalibrasi.

Pipet 1,0 sampai 20,0 ml larutan siapan raksa (0,0001 mg Hg/ml) kedalam beberapa botol pereduksi 300 ml, dan tambahkan H_2SO_4 (1 + 35) sampai volume 200 ml, lanjutkan pekerjaan sesuai 3.4.3. Catat masing-masing nilai yang didapat dari larutan siapan.

3.4.2. Persiapan contoh.

- Pindahkan larutan penyerap pada labu 500 ml, dan bilas botol penyerap dengan 2,3 tetes larutan hidroksil amonium klorida (2%) dan air. Tambahkan hasil cucian pada labu 500 ml.
- Hubungkan reflux kondensor dengan labu, kemudian panaskan larutan secara hati-hati dengan pemanasan selama 1 jam. Jika selama proses tersebut diatas, warna dari KMnO_4 hilang dan MnO_2 terbentuk maka KMnO_4 tidak perlu ditambahkan, dan suhu larutan diturunkan sampai 60°C . Tetapi bila warna KMnO_4 tidak hilang, maka tambahkan 2 ml KMnO_4 (5 %), dan uapkan.

Jika selama 10 masih juga terjadi warna, maka cara kerja diulang kembali, kemudian suhu larutan diturunkan sampai 40°C dan KMnO_4 yang tersisa didekomposisi dengan menetes-

kan larutan hidroksil amonium klorida (20%) sambil dilakukan pengadukan, sampai warna merah tepat hilang.

- Setelah pendinginan, pindahkan larutan pada labu ukur 500 ml, dan encerkan sampai tanda batas. Larutan ini disiapkan sebagai larutan contoh.
- Secara terpisah, tempatkan 200 ml larutan penyerap dalam labu ukur 500 ml, dan siapkan suatu larutan uji blanko dengan melakukan cara kerja tersebut diatas.

3.4.3. Penetapan contoh.

- Tempatkan sejumlah tertentu larutan contoh (mengandung 0,002 mg Hg atau kurang) dalam botol pereduksi, alirkan nitrogen untuk menghilangkan klorine, dan tambahkan H_2SO_4 (1 + 35) sampai volume 200 ml, dan dipasang pelat pada pereduksi raksa.
- Tambahkan secara cepat 10 ml larutan PbCl_2 , dan jalankan pompa udara pada kecepatan alir optimum yang telah ditentukan pada udara sirkulasi. Aduk kuat selama 2 menit dengan pengaduk magnetis, biarkan raksa mencapai suatu kesetimbangan uap-cair kemudian hubungkan botol dengan alat spektrometer serapan atom. Catat pembacaan serapan optimum.

3.4.4. Perhitungan :

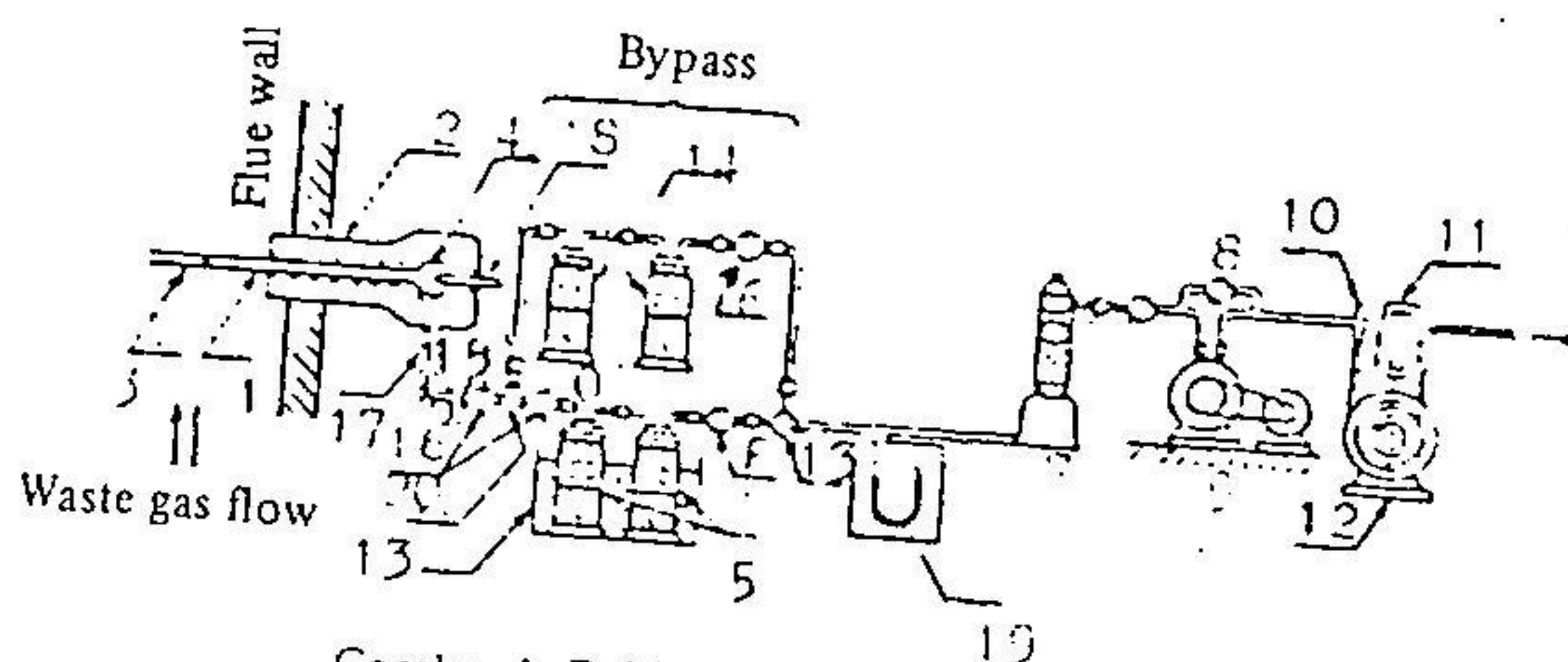
Hitung kadar Hg contoh dari kurva kalibrasi dengan rumus berikut :

Kadar gas raksa dalam contoh gas :

$$C = A \times \frac{V}{V_1} \times \frac{1}{V_s} \times 10^3$$

dimana :

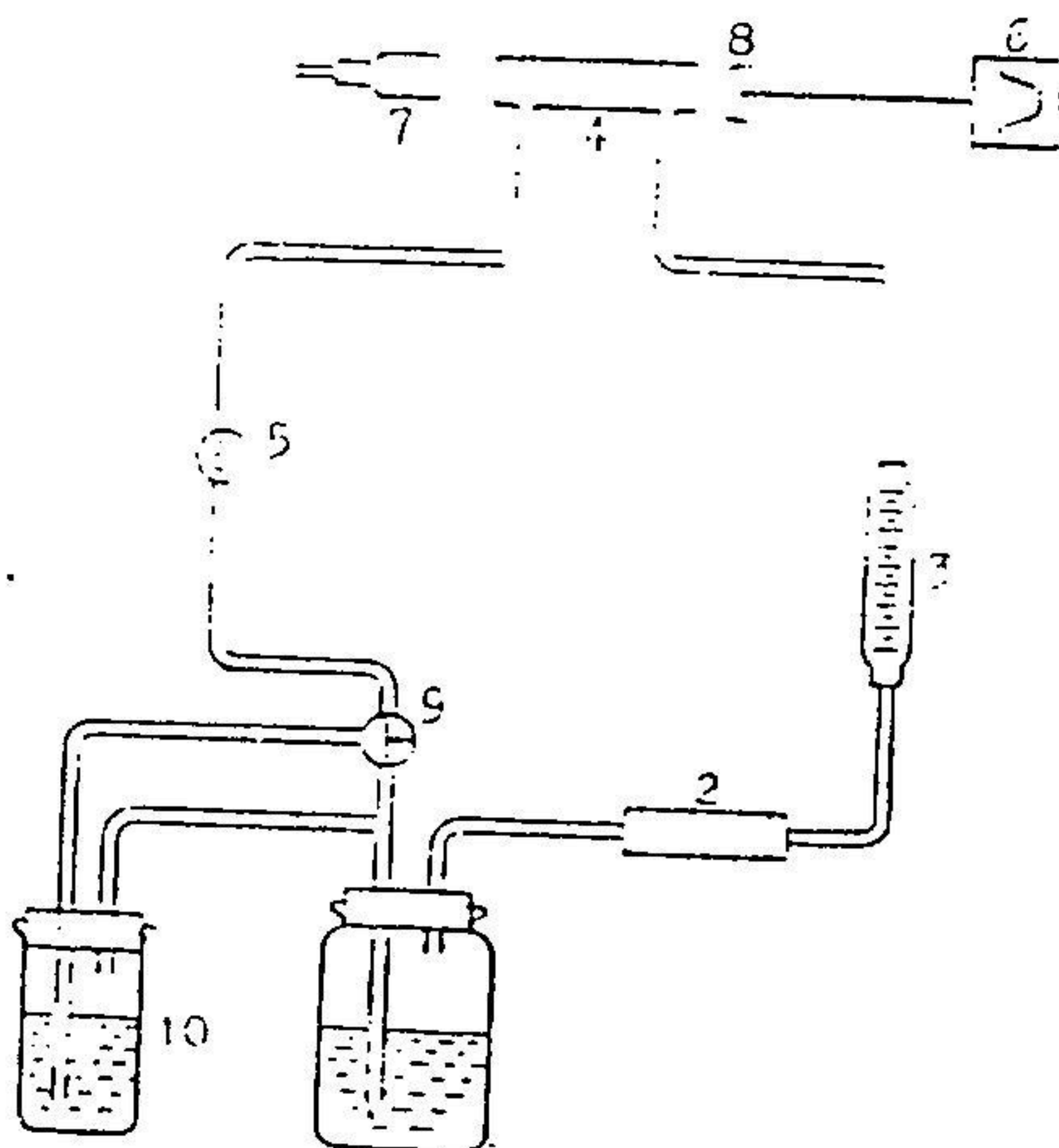
- C = Kadar gas raksa dalam gas buang kering pada kondisi standar (0°C , 760 mm Hg) ($\text{mg}/\text{m}^3\text{N}$).
- A = Kadar raksa yang didapat dari kurva kalibrasi (mg).
- V = Jumlah larutan contoh untuk analisa (ml).
- V_1 = Jumlah larutan contoh mula-mula (ml).
- V_s = Jumlah gas contoh kering pada kondisi standar (m^3).



Gambar 1. Rakitan Alat Pengambilan Contoh.

Keterangan :

1. Tabung pengambilan contoh gas.
2. Adaptor
3. Penyaring
4. Bahan isolasi panas
5. Botol penyerap
6. Penyaring gelas
7. Pengering gas
8. Kran pengontrol kecepatan alir
9. Pompa pengisap tertutup
10. Termometer
11. Pengukur tekanan
12. Pengukur gas kering
13. Tangki air pendingin
14. Botol pencuci untuk jalan langsung
15. Tabung resin silikon lunak
16. Pipa penghubung dengan dasar gelas berbentuk bola.
17. Pemasas
18. Termometer
19. Manometer
20. Kran T.

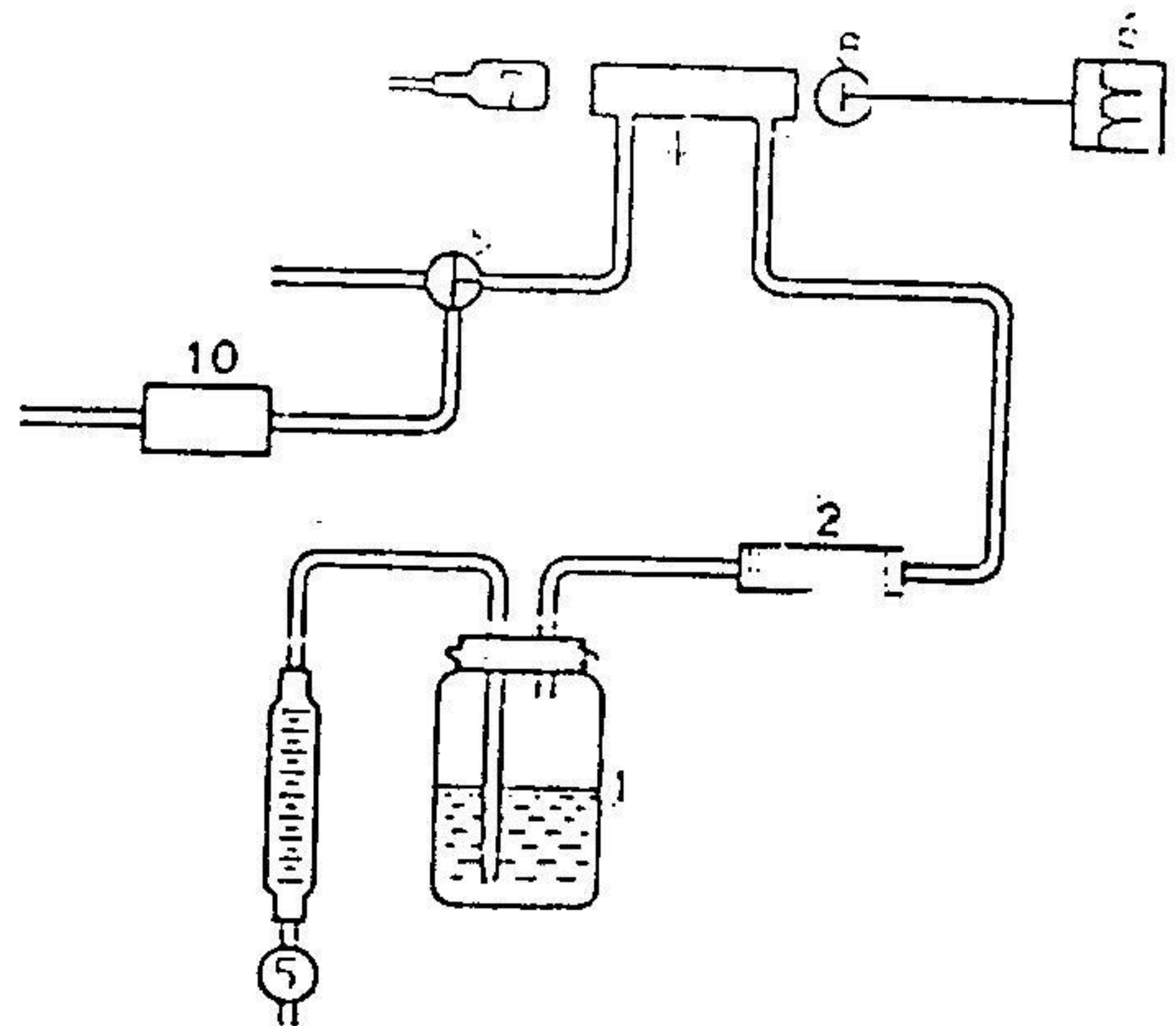


Gambar 2. Rakitan Peralatan Bentuk Sirkulasi Terbuka.

Keterangan :

1. Botol pereduksi
2. Tabung pengering
3. Pengukur aliran
4. Sel penyerap
5. Pompa udara
6. Pencatat
7. Lampu Katoda Hollow/raksa

8. Pendeteksi untuk pengukuran serapan atom.
9. Kran jalan langsung.
10. Alat penghilangan raksa.



Gambar 3. Rakitan Peralatan Bentuk Sirkulasi Tertutup.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id